

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

WEST

MARTIN ANGERMAN  
PRIMARY EXAMINER  
GROUP 1

1 of Result Set



Generate Collection

Print

L14: Entry 15 of 15

File: DWPI

Oct 18, 1988

DERWENT-ACC-NO: 1988-335880

DERWENT-WEEK: 198847

COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Highly refractive resin, for optical fibre, disk, etc. - obt'd. by condensn. reacting brominated phthalate deriv. with (meth)acrylic acid or ester

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

NIPPON SHOKUBAI KAGAKU KOGYO CO LTD

CODE

JAPC

PRIORITY-DATA: 1987JP-0083841 (April 7, 1987)

PATENT-FAMILY:

| PUB-NO        | PUB-DATE         | LANGUAGE | PAGES | MAIN-IPC |
|---------------|------------------|----------|-------|----------|
| JP 63251408 A | October 18, 1988 |          | 004   |          |

APPLICATION-DATA:

| PUB-NO       | APPL-DATE     | APPL-NO        | DESCRIPTOR |
|--------------|---------------|----------------|------------|
| JP 63251408A | April 7, 1987 | 1987JP-0083841 |            |

INT-CL (IPC): C08F 20/30; G02B 1/04

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 63251408A

BASIC-ABSTRACT:

The resin having refractive index of at least 1.55 comprises essentially (A) polymerisable monomer(s) of formula (I), (R1 and R2 are each H or CH3 and m, n = 1-3) and opt. (B) a copolymerisable monomer forming its homopolymer having refractive index = at least 1.48.

(A) is prep'd. by condensation reacting a brominated phthalate deriv. with (meth)acrylic acid or (meth)acrylate ester while removing water or hydrogen bromide or ester interchanging a (meth)acrylate ester with a brominated phthalate ester. (B) is pref. methyl-, phenyl-, benzyl-, chlorophenyl-, bromophenyl-, trichlorophenyl- or tribromophenyl (meth)acrylate, 2,2-bis-(4-(meth) acryloxyloxy phenyl)propane, 2,2-bis-(4-(meth) acryloxyloxy ethoxyphenyl)propane, allyl benzoate, diallyl phthalate, diethylene glycol dicarbonate, styrene, chlorostyrene or divinyl benzene. The (co)polymer is prep'd. by bulk copolymerisation for casting workability by casting a mixt. of the monomer(s) and a radical polymerisation initiator (e.g. benzoyl peroxide, acetyl peroxide, di-t-butyl peroxide, diisopropyl peroxy carbonate, 2,2'-asobisisobutyronitrile, 2,2'-azobis-2,4 -dimethyl-valeronitrile, etc. in an amt. = 0.05-10 wt.%) in a glass mould and heating the compsn. gradually to 30-60 deg.C. The compsn. may be blended with U.V. absorber, antistatic agent, preservative, dye, etc.

USE/ADVANTAGE - (A) is a colourless and clear liquid at room temp. and is easily mixed with the copolymerisable monomer (B) and casted easily into a mould. It provides cast prod. having high transparency and high refractive index. It is usable as lens, optical fibre, optical disk, etc. or decorative products together with dyes, filler, etc.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭63-251408

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>C 08 F 20/30  
G 02 B 1/04

識別記号

MMV

庁内整理番号

8620-4J  
7915-2H

⑭ 公開 昭和63年(1988)10月18日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 高屈折率樹脂

⑯ 特 願 昭62-83841

⑰ 出 願 昭62(1987)4月7日

⑱ 発 明 者 松 田 立 人 大阪府吹田市西御旅町5番8号 日本触媒化学工業株式会社中央研究所内

⑲ 発 明 者 船 江 保 明 大阪府吹田市西御旅町5番8号 日本触媒化学工業株式会社中央研究所内

⑳ 発 明 者 高 谷 詔 夫 大阪府吹田市西御旅町5番8号 日本触媒化学工業株式会社中央研究所内

㉑ 出 願 人 日本触媒化学工業株式会社 大阪府大阪市東区高麗橋5丁目1番地

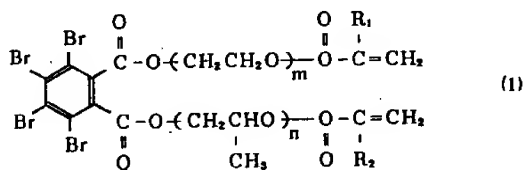
## 明 細 書

## 1. 発明の名称

高 屈 折 率 樹 脂

## 2. 特許請求の範囲

## 1. 一般式 (I)



(但し、 $\text{R}_1$ および $\text{R}_2$ はそれぞれ独立してHまたは $\text{CH}_3$ 基を示し、 $m$ および $n$ はそれぞれ1~3の整数である。)で表わされる重合性単量体(I)の1種または2種以上を必須成分とし、必要によりその単独重合体の屈折率が1.48以上の他の重合性単量体(II)を含む重合性単量体成分から得られる重合体からなることを特徴とする屈折率が1.55以上の高屈折率樹脂。

2. 重合性単量体(I)を重合性単量体成分中20重量%以上の量を用いる特許請求の範囲第1項幸

六は第三項記載の高屈折率樹脂。

## 3. 発明の詳細な説明

〈産業上の利用分野〉

本発明は高屈折率で無色透明性に優れた樹脂に関する。

〈従来の技術〉

無機光学レンズに替る素材として透明性合成樹脂よりなる高屈折率レンズ用樹脂は、その軽量性や耐衝撃性、成型加工性、染色性が良好なことから、プラスチックレンズ材料として適用分野を拡大しつつある。

従来、プラスチックレンズ材料として用いられているジエチレングリコールビスアリルカーボネート樹脂は、屈折率が1.49~1.50と低いためこれから得られる樹脂を矯正用眼鏡レンズにすると無機光学ガラスレンズに比較して中心厚、コバ厚が大きくなる欠点があつた。また、ナフチルメタクリレートやビスフェノールAジメタクリレートは高屈折率な樹脂を与えるが、これらの単量体は室温で固体であるため、注型重合時には他の液

状単量体に溶解したり、加熱した融点以上の温度で操作をしなければならぬ等の制約があつた。一方、ビニルナフタレンやビニルカルバゾールも高屈折率の樹脂を与えるが、得られる樹脂は着色が著しく、分散が大きい等眼鏡用プラスチックレンズ用樹脂として満足できるものではなかつた。

〈発明が解決しようとする問題点〉

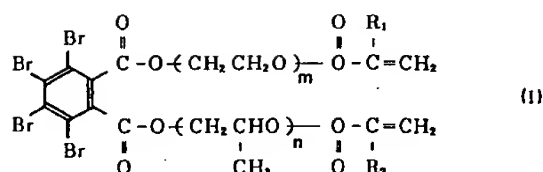
したがつて本発明の目的は、製造時においては煩雑な操作を必要とせず、しかも無色透明性に優れた高屈折率樹脂を提供することにある。

〈問題点を解決するための手段および作用〉

本発明者らは、このような現状にかんがみ鋭意検討を重ねた結果、特定構造の重合性単量体を必須成分に用いて得られる樹脂が、上記問題点を全て解決し、高屈折率で無色透明性に優れたものであることを見出し、本発明を完成するに至つたものである。

即ち、本発明は

一般式(1)

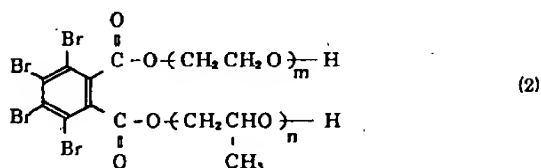


(但し、 $\text{R}_1$ および $\text{R}_2$ はそれぞれ独立してHまたは $\text{CH}_3$ 基を示し、 $m$ および $n$ はそれぞれ1~3の整数である。)で表わされる重合性単量体〔I〕の1種または2種以上を必須成分とし、必要により他の重合性単量体〔II〕を含む重合性単量体成分から得られる重合体からなることを特徴とする屈折率が1.55以上の高屈折率樹脂に関するものである。

本発明に用いる一般式(1)で示される重合性単量体〔I〕は、下記一般式(2)で示される臭素化フタル酸誘導体を通常の方法で(メタ)アクリル酸エステルとすることにより得られるものである。すなわち、臭素化フタル酸誘導体と(メタ)アクリル酸や(メタ)アクリル酸ハライドとから脱水や脱

- 3 -

ハロゲン化水素して得る方法や(メタ)アクリル酸エステルとエステル交換反応して得る方法を挙げることができる。



(但し、 $m$ および $n$ はそれぞれ1~3の整数である。)

本発明の高屈折率樹脂は、重合性単量体〔I〕の1種または2種以上のみを用いて得られる重合体からなるものであつてもよいが、必要により他の重合性単量体〔II〕を得られる高屈折率樹脂の屈折率が1.55未満とならないように、共重合成分に用いて得られる重合体からなるものであつてもよい。使用できる他の重合性単量体〔II〕としては、その単独重合体の屈折率が1.48以上でかつ重合性単量体〔I〕と共重合しうるものであれば特に制限されず、例えばメチルメタクリレート、フェニ

ルアクリレート、フェニルメタクリレート、ベンジルアクリレート、ベンジルメタクリレート、クロロフェニルアクリレート、クロロフェニルメタクリレート、ブromoフェニルアクリレート、ブromoフェニルメタクリレート、トリクロロフェニルアクリレート、トリクロロフェニルメタクリレート、トリブromoフェニルアクリレート、トリブromoフェニルメタクリレート、2,2-ビス-(4-アクリロイルオキシフェニル)プロパン、2,2-ビス-(4-メタクリロイルオキシフェニル)プロパン、2,2-ビス-(4-アクリロイルオキシエトキシフェニル)プロパン、2,2-ビス-(4-メタクリロイルオキシエトキシフェニル)プロパン等の(メタ)アクリル酸エステル類、安息香酸アリル、フタル酸ジアリルジエチレングリコールジアリルカーボネート等のアリルエステル、アリルカーボネート類、スチレン、クロルスチレン、ジビニルベンゼン等のビニル芳香族類等を挙げることができ、これらの1種または2種以上を好適に用いることができる。重合性単量体〔II〕は得ら

- 4 -

れる高屈折率樹脂の屈折率が1.55未満とならないようにその種類と使用量を適宜選択して用いるものであるが、高屈折率でしかも無色透明性にも著しく優れた樹脂を得る上で、好ましくはその使用量を重合性単量体成分中80重量%未満、より好ましくは70重量%未満とするのが好適である。

本発明に用いる重合性単量体〔I〕は、室温で液状であるため注型重合時の型への注入や重合性単量体〔II〕と混合する場合に煩雑な操作が必要でなくなるほか低温から重合を始められるので成型体に歪が生じにくい等の利点がある。

本発明の高屈折率樹脂は、重合性単量体〔I〕を必須成分とし、必要により重合性単量体〔II〕を共重合成分に用いて得られる重合体からなるものである。該重合体を得るための重合方法は特に制限されず従来から公知の方法、例えば塊状重合、溶液重合、懸濁重合、乳化重合等の方法を挙げることができるが、本発明においては、注型重合により重合時に所望の形状に形付できるために、塊状重合によるのが好ましく、例えばラジカル重合開始剤を加えた重合性単量体成分をガラス製のモールドに注入して、30～60℃から次第に昇温して重合させる方法がその具体例である。重合に際し、使用できるラジカル重合開始剤としては、例えばベンゾイルパーオキシド、アセチルパーオキシド、ジ-1-ブチルパーオキシド、ジイソプロピルパーオキシジカーボネート等の過酸化物や2,2'-アゾビスイソブチロニトリル、2,2'-アゾビス-2,4-ジメチルパレロニトリル等のアゾ系化合物等を挙げることができ、これらの1種または2種以上を通常重合性単量体成分に対し、0.05～10重量%、好ましくは0.1～5重量%の範囲で必要により促進剤と併用して用いることができる。

本発明の高屈折率樹脂は、上記の重合体以外に、公知の添加剤、例えば紫外線吸収剤、帯電防止剤、防滴剤、着色材等を適宜含んでもよい。

〈発明の効果〉

本発明の高屈折率樹脂は重合性単量体〔I〕を必須成分に用いて得られる重合体からなるために、

- 7 -

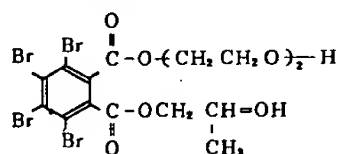
高屈折率でしかも無色透明性に優れている。また、本発明に用いる重合性単量体〔I〕は室温で無色透明な液状であるため注型重合により重合体を得る場合の型への注入や重合性単量体〔II〕と混合のための煩雑な操作が必要でなくなる他、低温から重合を始められるので得られる重合体の成型物に歪が生じにくい等の優れた利点があり、光学材料用樹脂として、例えばレンズ、光ファイバー、光ディスク等の部材に特に有用であり、更に顔料、着色剤、充填剤等を配合して装飾用、建材用成形物としても使用できる。

#### 〈実施例〉

以下、実施例により具体的に説明する。

#### 参考例1

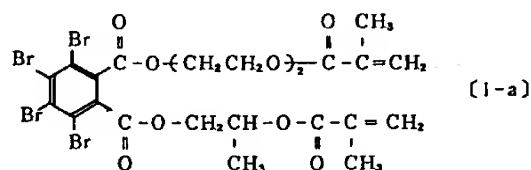
攪拌機、温度計、ジムロート型冷却管及び滴下漏斗を備えた容量3ℓの容器に下記式で示されるフタル酸誘導体



- 9 -

- 8 -

187gr、クロロホルム1000ml、トリエチルアミン125gr及びフェノチアジン0.20grを仕込み、内温を35～40℃に保ち、攪拌を続けながらメタクリル酸クロライド93.5grを150分間で滴下した。滴下終了後更に同温度で3時間攪拌を続けて得られた反応液を水、希塩酸、水、炭酸ナトリウム水溶液、水の順に洗浄した。水を分離除去して得られた有機層を無水硫酸ナトリウムを加え乾燥した後、クロロホルムを減圧留去して下記式で表わされる重合性単量体〔I-a〕

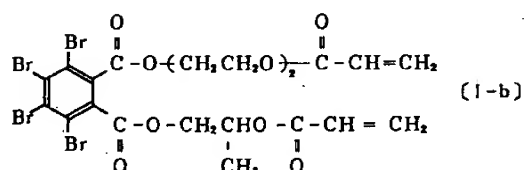


143.4gr（収率63.0%）を得た。得られた重合性単量体〔I-a〕はシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製した。

#### 参考例2

メタクリル酸クロライドの代わりにアクリル酸

クロライド 8 1.0 grを用いた以外は参考例 1 と同様に、下配式で表わされる重合性単量体〔I-b〕



117.0 gr (収率 53.4%)を得た。得られた重合性単量体〔I-b〕はシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製した。

#### 実施例 1

参考例 1 で得た重合性単量体〔I-a〕100重量部とアゾビスイソブチロニトリル 0.5重量部との混合物を2枚のガラス板とシリコンラバー製ガスケットよりなるモールド中に注入し、窒素雰囲気下に60℃で6時間、更に110℃で1時間加熱し重合させた。得られた高屈折率樹脂〔1〕は無色透明であつた。この樹脂の諸物性を表-1に示す。

実施例 2 ~ 6

実施例 1 と同様にして組成を変えて高屈折率樹脂〔2〕~〔6〕を得た。その結果を表-1に併せて示す。

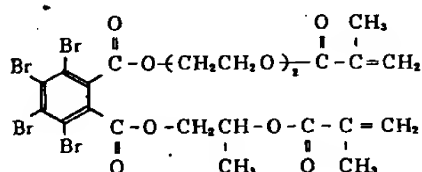
表 - 1

| № | 組 成 ( )内は重量%値            | 屈折率   | アツベ数 | 鉛筆硬度 |
|---|--------------------------|-------|------|------|
| 1 | 単量体〔I-a〕<br>(100)        | 1.603 | 30   | 3H   |
| 2 | 単量体〔I-a〕/BzMA<br>(70/30) | 1.592 | 32   | 2H   |
| 3 | 単量体〔I-a〕/BzMA<br>(40/60) | 1.581 | 34   | 2H   |
| 4 | 単量体〔I-a〕/St<br>(50/50)   | 1.597 | 30   | 2H   |
| 5 | 単量体〔I-b〕/BzMA<br>(50/50) | 1.582 | 34   | 2H   |
| 6 | 単量体〔I-b〕/St<br>(40/60)   | 1.592 | 31   | 2H   |

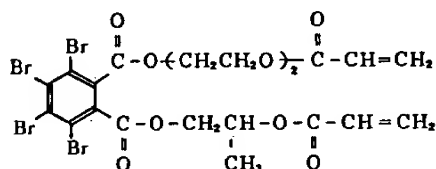
-11-

-12-

単量体〔I-a〕



単量体〔I-b〕



BzMA    ベンジルメタクリレート

St       スチレン

特許出願人    日本触媒化学工業株式会社